

2-2-184  
PCT

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

PCT/JP 2004/004826

02. 4. 2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

REC'D 22 APR 2004	
WIPO	PCT

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2003年 4月 7日

出 願 番 号  
Application Number: 特願2003-102456  
[ST. 10/C]: [JP2003-102456]

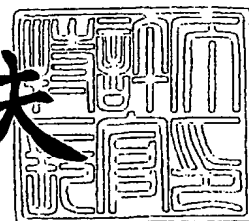
出 願 人  
Applicant(s): 株式会社資生堂

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 3月17日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



BEST AVAILABLE COPY

出証番号 出証特2004-3021351

【書類名】 特許願

【整理番号】 P2002-184

【提出日】 平成15年 4月 7日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 A61K 07/00

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市都筑区早渕 2 - 2 - 1 株式会社資生堂  
リサーチセンター（新横浜）内

【氏名】 上沼 三紀子

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市都筑区早渕 2 - 2 - 1 株式会社資生堂  
リサーチセンター（新横浜）内

【氏名】 末継 勝

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市都筑区早渕 2 - 2 - 1 株式会社資生堂  
リサーチセンター（新横浜）内

【氏名】 小川 滋之

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市都筑区早渕 2 - 2 - 1 株式会社資生堂  
リサーチセンター（新横浜）内

【氏名】 横田 江利子

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市都筑区早渕 2 - 2 - 1 株式会社資生堂  
リサーチセンター（新横浜）内

【氏名】 原 英二郎

【特許出願人】

【識別番号】 000001959

【氏名又は名称】 株式会社資生堂

【代表者】 池田 守男

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 003506

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

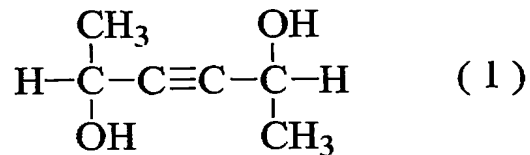
【書類名】 明細書

【発明の名称】 皮膚外用組成物

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 下記化学式（1）で表わされる 3-ヘキシン-2, 5-ジオールを含有することを特徴とする皮膚外用組成物。

【化 1】



【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、十分な防腐性を確保しながらも、使用性、安全性を著しく向上させた皮膚外用組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】

近年、肌に優しい安全な皮膚外用組成物が求められている。一方、皮膚外用組成物は保存性も重視しなくてはならず、防腐防黴に対する配慮が必要であり、多くの皮膚外用組成物は防腐剤としてパラオキシ安息香酸エステル、通称パラベン類を配合して防腐力を確保しているのが実情である。

【0003】

しかしながら、防腐剤としてパラベン類を配合した場合、まれに一部の敏感な使用者に、使用時にしみるなどの皮膚刺激が見られることもあり、使用性も不満足なものであった。パラベン類を配合せずに皮膚外用組成物を調製することも当然可能ではあるが、その場合、防腐性を確保するためには、1回使用分毎の小分け容器を用いたり、チューブ容器にバックレス機構を設けるなど、他の複雑な手段が必要となり、汎用性に欠けるものであった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

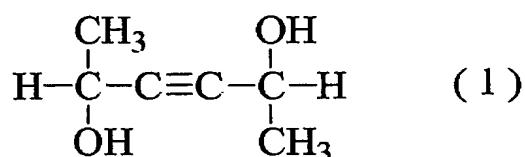
本発明者らは上記課題に鑑み、鋭意研究を重ねた結果、3-ヘキシン-2, 5-ジオールを用いることで十分な防腐性を確保しつつ、使用性、安全性ともに満足する皮膚外用組成物が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

#### 【0005】

##### 【課題を解決するための手段】

すなわち、本発明は、下記一般式(1)で表わされる3-ヘキシン-2, 5-ジオールを含有することを特徴とする皮膚外用組成物である。

#### 【化2】



#### 【0006】

##### 【発明の実施の形態】

以下に本発明の構成について詳述する。

#### 【0007】

本発明に用いる上記化学式(1)の3-ヘキシン-2, 5-ジオールは公知物質であるが皮膚外用組成物に配合することは新規な用途である。

#### 【0008】

本発明に用いる3-ヘキシン-2, 5-ジオールはアセチレンとアセトアルデヒドより容易に製造することができる。また、東京化成工業株式会社、関東化学株式会社、ALDRICH社等から市販されており、容易に入手することができる。

#### 【0009】

本発明に用いる3-ヘキシン-2, 5-ジオールは光学活性体、ラセミ体、メソ体またはそれらの混合物であってもよい。

#### 【0010】

本発明の3-ヘキシン-2, 5-ジオールは任意の皮膚外用組成物へ配合することができる。その配合量は製品形態により異なり特に制限されるものではないが、通常皮膚外用組成物の防腐性を考えると0.001質量%以上が必要であり

、好ましくは0.1質量%以上である。更に好ましくは1.0質量%以上の配合で本発明の著しい効果が発現される。配合上限は皮膚外用組成物としての性質上特に限定することは困難であるが、著しく過剰に配合した場合べたつきなどの使用性の劣化が発現するため、10.0質量%以下の配合が好ましい。

#### 【0011】

本発明の3-ヘキシン-2, 5-ジオールを配合する皮膚外用組成物基剤としては通常の皮膚外用組成物基剤ならばいずれのものも利用できる。すなわち、液状、ゲル状、ペースト状、乳液状、クリーム状などのものが利用できる。また、皮膚外用組成物に通常配合される成分、例えば、粉末成分、液体油脂、固体油脂、ロウ、炭化水素油、高級脂肪酸、高級アルコール、エステル油、シリコーン油、アニオン界面活性剤、カチオン界面活性剤、両性界面活性剤、非イオン界面活性剤、保湿剤、水溶性高分子、増粘剤、皮膜剤、紫外線吸収剤、金属イオン封鎖剤、低級アルコール、多価アルコール、糖、アミノ酸、有機アミン、高分子エマルジョン、pH調製剤、皮膚栄養剤、ビタミン、酸化防止剤、酸化防止助剤、その他の薬剤、色素、香料、水などが併用できることは言うまでもない。

#### 【0012】

本発明の3-ヘキシン-2, 5-ジオールを配合する皮膚外用組成物に配合可能な成分を以下に具体的に列挙するが、下記成分の一種または二種以上とを配合して皮膚外用組成物を調製することができる。

#### 【0013】

粉末成分としては、例えば、無機粉末（例えば、タルク、カオリン、雲母、絹雲母（セリサイト）、白雲母、金雲母、合成雲母、紅雲母、黒雲母、パーミキュライト、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、マグネシウム、シリカ、ゼオライト、硫酸バリウム、焼成硫酸カルシウム（焼セッコウ）、リン酸カルシウム、弗素アパタイト、ヒドロキシアパタイト、セラミックパウダー、金属石鹸（例えば、ミリスチン酸亜鉛、パルミチン酸カルシウム、ステアリン酸アルミニウム）、窒化ホウ素等）；有機粉末（例えば、ポリアミド樹脂粉末（ナイロン粉末）、ポリエチレン粉末、ポリメタクリル酸

メチル粉末、ベンゾグアナミン樹脂粉末、ポリ四弗化エチレン粉末、セルロース粉末等）；無機白色顔料（例えば、二酸化チタン、酸化亜鉛等）；無機赤色系顔料（例えば、酸化鉄（ベンガラ）、チタン酸鉄等）；無機褐色系顔料（例えば、 $\gamma$ -酸化鉄等）；無機黄色系顔料（例えば、黄酸化鉄、黄土等）；無機黒色系顔料（例えば、黒酸化鉄、低次酸化チタン等）；無機紫色系顔料（例えば、マンゴバイオレット、コバルトバイオレット等）；無機緑色系顔料（例えば、酸化クロム、水酸化クロム、チタン酸コバルト等）；無機青色系顔料（例えば、群青、紺青等）；パール顔料（例えば、酸化チタンコーテッドマイカ、酸化チタンコーテッドオキシ塩化ビスマス、酸化チタンコーテッドタルク、着色酸化チタンコーテッドマイカ、オキシ塩化ビスマス、魚鱗箔等）；金属粉末顔料（例えば、アルミニウムパウダー、銅パウダー等）；ジルコニウム、バリウム又はアルミニウムレーキ等の有機顔料（例えば、赤色201号、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色220号、赤色226号、赤色228号、赤色405号、橙色203号、橙色204号、黄色205号、黄色401号、及び青色404号などの有機顔料、赤色3号、赤色104号、赤色106号、赤色227号、赤色230号、赤色401号、赤色505号、橙色205号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、黄色203号、緑色3号及び青色1号等）；天然色素（例えば、クロロフィル、 $\beta$ -カロチン等）等が挙げられる。

#### 【0014】

液体油脂としては、例えば、アボガド油、ツバキ油、マカデミアナッツ油、トウモロコシ油、オリーブ油、ナタネ油、ゴマ油、小麦胚芽油、サザンカ油、ヒマシ油、アマニ油、サフラワー油、綿実油、大豆油、落花生油、茶実油、コメヌカ油、ホホバ油、胚芽油、トリグリセリン等が挙げられる。

#### 【0015】

固体油脂としては、例えば、カカオ脂、ヤシ油、硬化ヤシ油、パーム油、パーム核油、モクロウ核油、硬化油、モクロウ、硬化ヒマシ油等が挙げられる。

#### 【0016】

ロウとしては、例えば、ミツロウ、カンデリラロウ、カルナウバロウ、ラノリン、酢酸ラノリン、液状ラノリン、サトウキビロウ、ラノリン脂肪酸イソプロピ

ル、ラウリン酸ヘキシル、還元ラノリン、ジョジョバロウ、硬質ラノリン、セラックロウ、POEラノリンアルコールエーテル、POEラノリンアルコールアセテート、POEコレステロールエーテル、ラノリン脂肪酸ポリエチレングリコール、POE水素添加ラノリンアルコールエーテル等が挙げられる。

#### 【0017】

炭化水素油としては、例えば、流動パラフィン、オゾケライト、スクワラン、プリスタン、パラフィン、セレシン、スクワレン、ワセリン、マイクロクリスタリンワックス、フィッシュアトロップスワックス等が挙げられる。

#### 【0018】

高級脂肪酸としては、例えば、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘニン酸、オレイン酸、ウンデシレン酸、イソステアリン酸、リノール酸、リノレイン酸、エイコサペンタエン酸（EPA）、ドコサヘキサエン酸（DHA）等が挙げられる。

#### 【0019】

高級アルコールとしては、例えば、直鎖アルコール（例えば、ラウリルアルコール、セチルアルコール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、ミリスチルアルコール、オレイルアルコール、セトステアリルアルコール等）；分枝鎖アルコール（例えば、モノステアリルグリセリンエーテル（バチルアルコール）、2-デシルテトラデシノール、ラノリンアルコール、コレステロール、フィトステロール、ヘキシルドデカノール、イソステアリルアルコール、オクチルドデカノール等）等が挙げられる。

#### 【0020】

エステル油としては、ミリスチン酸イソプロピル、オクタン酸セチル、ミリスチン酸オクチルドデシル、パルミチン酸イソプロピル、ステアリン酸ブチル、ラウリン酸ヘキシル、ミリスチン酸ミリスチル、オレイン酸デシル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、酢酸ラノリン、ステアリン酸イソセチル、イソステアリン酸イソセチル、12-ヒドロキシステアリン酸コレステリル、ジ-2-エチルヘキサン酸エチレングリコール、ジペンタエリスリトール脂肪酸エステル、モノイソステアリン酸N-アルキルグリコール、ジカ



プリン酸ネオペンチルグリコール、リンゴ酸ジイソステアリル、ジ-2-ヘプチルウンデカン酸グリセリン、トリ-2-エチルヘキサン酸トリメチロールプロパン、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、テトラ-2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリトール、トリ-2-エチルヘキサン酸グリセリン、トリオクタン酸グリセリン、トリイソパルミチン酸グリセリン、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、セチル2-エチルヘキサノエート、2-エチルヘキシルパルミテート、トリミリスチン酸グリセリン、トリ-2-ヘプチルウンデカン酸グリセライド、ヒマシ油脂肪酸メチルエステル、オレイン酸オレイル、アセトグリセライド、パルミチン酸2-ヘプチルウンデシル、アジピン酸ジイソブチル、N-ラウロイル-L-グルタミン酸-2-オクチルドデシルエステル、アジピン酸ジ-2-ヘプチルウンデシル、エチルラウレート、セバシン酸ジ-2-エチルヘキシル、ミリスチン酸2-ヘキシルデシル、パルミチン酸2-ヘキシルデシル、アジピン酸2-ヘキシルデシル、セバシン酸ジイソプロピル、コハク酸2-エチルヘキシル、クエン酸トリエチル等が挙げられる。

#### 【0021】

シリコーン油としては、例えば、鎖状ポリシロキサン（例えば、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、ジフェニルポリシロキサン等）；環状ポリシロキサン（例えば、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン等）、メチルトリメチコン、3次元網目構造を形成しているシリコーン樹脂、シリコーンゴム、各種変性ポリシロキサン（アミノ変性ポリシロキサン、ポリエーテル変性ポリシロキサン、アルキル変性ポリシロキサン、フッ素変性ポリシロキサン等）等が挙げられる。

#### 【0022】

アニオン界面活性剤としては、例えば、脂肪酸セッケン（例えば、ラウリン酸ナトリウム、パルミチン酸ナトリウム等）；高級アルキル硫酸エステル塩（例えば、ラウリル硫酸ナトリウム、ラウリル硫酸カリウム等）；アルキルエーテル硫酸エステル塩（例えば、POE-ラウリル硫酸トリエタノールアミン、POE-ラウリル硫酸ナトリウム等）；N-アシルサルコシン酸（例えば、ラウロイルサ

ルコシンナトリウム等) ; 高級脂肪酸アミドスルホン酸塩 (例えば、N-ミリストイル-N-メチルタウリンナトリウム、ヤシ油脂肪酸メチルタウリンナトリウム、ヤシ油脂肪酸メチルタウリンタウリンナトリウム、ラウリルメチルタウリンナトリウム、ラウリルメチルタウリンメチルタウリンナトリウム等) ; スルホコハク酸塩 (例えば、ジ-2-エチルヘキシルスルホコハク酸ナトリウム、モノラウロイルモノエタノールアミドポリオキシエチレンスルホコハク酸ナトリウム、ラウリルポリプロピレングリコールスルホコハク酸ナトリウム等) ; アルキルベンゼンスルホン酸塩 (例えば、リニアドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、リニアドデシルベンゼンスルホン酸トリエタノールアミン、リニアドデシルベンゼンスルホン酸等) ; 高級脂肪酸エステル硫酸エステル塩 (例えば、硬化ヤシ油脂肪酸グリセリン硫酸ナトリウム等) ; N-アシルグルタミン酸塩 (例えば、N-ラウロイルグルタミン酸モノナトリウム、N-ステアロイルグルタミン酸ジナトリウム、N-ミリストイル-L-グルタミン酸モノナトリウム等) ; POE-アルキルエーテルカルボン酸 ; POE-アルキルアリルエーテルカルボン酸塩 ;  $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩 ; ラウロイルモノエタノールアミドコハク酸ナトリウム ; N-パルミトイルアスパラギン酸ジトリエタノールアミン ; 等が挙げられる。

### 【0023】

カチオン界面活性剤としては、例えば、アルキルトリメチルアンモニウム塩 (例えば、塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ラウリルトリメチルアンモニウム等) ; アルキルピリジニウム塩 (例えば、塩化セチルピリジニウム等) ; 塩化ジステアリルジメチルアンモニウムジアルキルジメチルアンモニウム塩 ; 塩化ポリ (N, N'-ジメチル-3, 5-メチレンピペリジニウム) ; アルキル四級アンモニウム塩 ; アルキルジメチルベンジルアンモニウム塩 ; アルキルイソキノリニウム塩 ; ジアルキルモリホニウム塩 ; 塩化ベンザルコニウム ; 塩化ベンゼトニウム等が挙げられる。

### 【0024】

両性界面活性剤としては、例えば、イミダゾリン系両性界面活性剤 (例えば、2-ウンデシル-N, N, N-(ヒドロキシエチルカルボキシメチル)-2-イ

ミダゾリンナトリウム、2-ココイル-2-イミダゾリニウムヒドロキシド-1-カルボキシエチロキシ2ナトリウム塩等）；ベタイン系界面活性剤（例えば、2-ヘプタデシル-N-カルボキシメチル-N-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン、アミドアミン型両性界面活性剤、ラウリルジメチルアミノ酢酸ベタイン、アルキルベタイン、アミドベタイン、スルホベタイン等）等が挙げられる。

#### 【0025】

親油性非イオン界面活性剤としては、例えば、ソルビタン脂肪酸エステル類（例えば、ソルビタンモノオレエート、ソルビタンモノイソステアレート、ソルビタンモノラウレート、ソルビタンモノパルミテート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタンセスキオレエート、ソルビタントリオレエート、ペンター2-エチルヘキシル酸ジグリセロールソルビタン、テトラ-2-エチルヘキシル酸ジグリセロールソルビタン等）；グリセリンポリグリセリン脂肪酸類（例えば、モノ綿実油脂肪酸グリセリン、モノエルカ酸グリセリン、セスキオレイン酸グリセリン、モノステアリン酸グリセリン、 $\alpha$ 、 $\alpha'$ -オレイン酸ピログルタミン酸グリセリン、モノステアリン酸グリセリンリンゴ酸等）；プロピレングリコール脂肪酸エステル類（例えば、モノステアリン酸プロピレングリコール等）；硬化ヒマシ油誘導体；グリセリンアルキルエーテル等が挙げられる。

#### 【0026】

親水性非イオン界面活性剤としては、例えば、POE-ソルビタン脂肪酸エステル類（例えば、POE-ソルビタンモノオレエート、POE-ソルビタンモノステアレート、POE-ソルビタンモノオレエート、POE-ソルビタントラオレエート等）；POEソルビット脂肪酸エステル類（例えば、POE-ソルビットモノラウレート、POE-ソルビットモノオレエート、POE-ソルビットペンタオレエート、POE-ソルビットモノステアレート等）；POE-グリセリン脂肪酸エステル類（例えば、POE-グリセリンモノステアレート、POE-グリセリンモノイソステアレート、POE-グリセリントリイソステアレート等のPOE-モノオレエート等）；POE-脂肪酸エステル類（例えば、POE-ジステアレート、POE-モノジオレエート、ジステアリン酸エチレングリコー

ル等) ; POE-アルキルエーテル類 (例えば、POE-ラウリルエーテル、POE-オレイルエーテル、POE-ステアリルエーテル、POE-ベヘニルエーテル、POE-2-オクチルドデシルエーテル、POE-コレスタノールエーテル等) ; プルロニック型類 (例えば、プルロニック等) ; POE・POP-アルキルエーテル類 (例えば、POE・POP-セチルエーテル、POE・POP-2-デシルテトラデシルエーテル、POE・POP-モノブチルエーテル、POE・POP-水添ラノリン、POE・POP-グリセリンエーテル等) ; テトラPOE・テトラPOP-エチレンジアミン縮合物類 (例えば、テトロニック等) ; POE-ヒマシ油硬化ヒマシ油誘導体 (例えば、POE-ヒマシ油、POE-硬化ヒマシ油、POE-硬化ヒマシ油モノイソステアレート、POE-硬化ヒマシ油トリイソステアレート、POE-硬化ヒマシ油モノピログルタミン酸モノイソステアリン酸ジエステル、POE-硬化ヒマシ油マレイン酸等) ; アルカノールアミド (例えば、ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド、ラウリン酸モノエタノールアミド、脂肪酸イソプロパノールアミド等) ; ショ糖脂肪酸エステル ; アルキルエトキシジメチルアミンオキシド ; トリオレイルリン酸等が挙げられる。

#### 【0027】

保湿剤としては、例えば、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、1, 3-ブチレングリコール、キシリトール、ソルビトール、マルチトール、コンドロイチン硫酸、ヒアルロン酸、アセチル化ヒアルロン酸、ムコイチン硫酸等のムコ多糖およびその塩、コレステリル-12-ヒドロキシステアレート、乳酸、乳酸ナトリウム、d1-ピロリドンカルボン酸塩、トリメチルグリシン、ジグリセリン (EO) PO付加物、イザヨイバラ抽出物、セイヨウノコギリソウ抽出物、メリロート抽出物等が挙げられる。

#### 【0028】

天然の水溶性高分子としては、例えば、植物系高分子 (例えば、アラビアガム、トラガカントガム、ガラクトン、グアガム、カラギーナン、ペクチン、カンテン、ローカストビンガム、クインスシード (マルメロ)、アルゲコロイド (カッソウエキス)、デンプン (コメ、トウモロコシ、バレイショ、コムギ) ; 微生物系高分子 (例えば、キサントガム、デキストラン、サクシノグルカン、ジェランガ

ム、プルラン等)等が挙げられる。

#### 【0029】

半合成の水溶性高分子としては、例えば、デンプン系高分子（例えば、カルボキシメチルデンプン、メチルヒドロキシプロピルデンプン等）；セルロース系高分子（メチルセルロース、エチルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、セルロース硫酸ナトリウム、ヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセルロース、カルボキシメチルセルロースナトリウム、結晶セルロース、セルロース末等）；アルギン酸系高分子（例えば、アルギン酸ナトリウム、アルギン酸プロピレングリコールエステル等）等が挙げられる。

#### 【0030】

合成の水溶性高分子としては、例えば、ビニル系高分子（例えば、ポリビニルアルコール、ポリビニルメチルエーテル、ポリビニルピロリドン、カルボキシビニルポリマー、アルキル変性カルボキシビニルポリマー等）；ポリオキシエチレン系高分子（例えば、ポリエチレングリコール20,000、40,000、60,000のポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体等）；アクリル系高分子（例えば、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリエチルアクリレート、ポリアクリルアミド等）；ポリエチレンイミン；カチオンポリマー等が挙げられる。

#### 【0031】

増粘剤としては、上記水溶性高分子以外では、例えば、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ベントナイト、有機変性ベントナイト、ヘクトライト、ケイ酸AlMg（ビーガム）、ラポナイト、無水ケイ酸等が挙げられる。

#### 【0032】

紫外線吸収剤としては、例えば、安息香酸系紫外線吸収剤（例えば、パラアミノ安息香酸（以下、PABAと略す）、PABAモノグリセリンエステル、N，N-ジプロポキシPABAエチルエステル、N，N-ジエトキシPABAエチルエステル、N，N-ジメチルPABAエチルエステル、N，N-ジメチルPABAブチルエステル、N，N-ジメチルPABAエチルエステル等）；サリチル酸系紫外線吸収剤（例えば、アミルサリシレート、メントールサリシレート、ホモメ

ンチルサリシレート、オクチルサリシレート、フェニルサリシレート、ベンジルサリシレート、p-イソプロパノールフェニルサリシレート等) ; 桂皮酸系紫外線吸収剤 (例えば、オクチルシンナメート、エチル-4-イソプロピルシンナメート、メチル-2, 5-ジイソプロピルシンナメート、エチル-2, 4-ジイソプロピルシンナメート、メチル-2, 4-ジイソプロピルシンナメート、プロピル-p-メトキシシンナメート、イソプロピル-p-メトキシシンナメート、イソアミル-p-メトキシシンナメート、オクチル-p-メトキシシンナメート (2-エチルヘキシル-p-メトキシシンナメート)、2-エトキシエチル-p-メトキシシンナメート、シクロヘキシル-p-メトキシシンナメート、グリセリルモノ-2-エチルヘキサノイル-ジパラメトキシシンナメート等) ; 3- (4'-メチルベンジリデン) -d, 1-カンファー、3-ベンジリデン-d, 1-カンファー ; 2-フェニル-5-メチルベンゾキサゾール ; 2, 2'-ヒドロキシ-5-メチルフェニルベンゾトリアゾール ; 2- (2'-ヒドロキシ-5'-t-オクチルフェニル) ベンゾトリアゾール ; 2- (2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニルベンゾトリアゾール ; ジベンザラジン ; ジアニソイルメタン ; 4-メトキシ-4'-t-ブチルジベンゾイルメタン ; 5- (3, 3-ジメチル-2-ノルボルニリデン) -3-ペンタン-2-オン ; ビス-エチルヘキシルオキシフェノール-メトキシフェニル-トリアジン ; 2, 4, 6-トリス [4- (2-エチルヘキシルオキシカルボニル) アニリノ] 1, 3, 5-トリアジン等が挙げられる。

#### 【0033】

金属イオン封鎖剤としては、例えば、1-ヒドロキシエタン-1, 1-ジフォスホン酸、1-ヒドロキシエタン-1, 1-ジフォスホン酸四ナトリウム塩、エデト酸二ナトリウム、エデト酸三ナトリウム、エデト酸四ナトリウム、ヘキサメタリン酸ナトリウム、クエン酸ナトリウム、ポリリン酸ナトリウム、メタリン酸ナトリウム、グルコン酸、リン酸、クエン酸、アスコルビン酸、コハク酸、エデト酸、エチレンジアミンヒドロキシエチル三酢酸 3 ナトリウム等が挙げられる。

#### 【0034】

低級アルコールとしては、例えば、エタノール、イソプロパノール、イソブチ

ルアルコール、 $\alpha$ -ブチルアルコール等が挙げられる。

### 【0035】

多価アルコールとしては、例えば、2価のアルコール（例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、トリメチレングリコール、1, 2-ブチレングリコール、1, 3-ブチレングリコール、テトラメチレングリコール、2, 3-ブチレングリコール、ペンタメチレングリコール、2-ブテン-1, 4-ジオール、ヘキシレングリコール、オクチレングリコール等）；3価のアルコール（例えば、グリセリン、トリメチロールプロパン等）；4価アルコール（例えば、1, 2, 6-ヘキサントリオール等のペンタエリスリトール等）；5価アルコール（例えば、キシリトール等）；6価アルコール（例えば、ソルビトール、マンニトール等）；多価アルコール重合体（例えば、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、トリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、テトラエチレングリコール、ジグリセリン、ポリエチレングリコール、トリグリセリン、テトラグリセリン、ポリグリセリン等）；2価のアルコールアルキルエーテル類（例えば、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノフェニルエーテル、エチレングリコールモノヘキシルエーテル、エチレングリコールモノ2-メチルヘキシルエーテル、エチレングリコールイソアミルエーテル、エチレングリコールベンジルエーテル、エチレングリコールイソプロピルエーテル、エチレングリコールジメチルエーテル、エチレングリコールジエチルエーテル、エチレングリコールジブチルエーテル等）；2価アルコールアルキルエーテル類（例えば、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールブチルエーテル、ジエチレングリコールメチルエチルエーテル、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテル、プロピレングリコールイソプロピルエーテル、ジプロピレングリコールメチルエーテル

、ジプロピレングリコールエチルエーテル、ジプロピレングリコールブチルエーテル等) ; 2 価アルコールエーテルエステル (例えば、エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノブチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノフェニルエーテルアセテート、エチレングリコールジアジベート、エチレングリコールジサクシネート、ジエチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、ジエチレングリコールモノブチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノエチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノプロピルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノフェニルエーテルアセテート等) ; グリセリンモノアルキルエーテル (例えば、キシルアルコール、セラキルアルコール、バチルアルコール等) ; 糖アルコール (例えば、ソルビトール、マルチトール、マルトトリオース、マンニトール、ショ糖、エリトリトール、グルコース、フルクトース、デンプン分解糖、マルトース、キシリトース、デンプン分解糖還元アルコール等) ; グリソリッド; テトラヒドロフルフリルアルコール; POE-テトラヒドロフルフリルアルコール; POP-ブチルエーテル; POP・POE-ブチルエーテル; トリポリオキシプロピレングリセリンエーテル; POP-グリセリンエーテル; POP-グリセリンエーテルリン酸; POP・POE-ペンタンエリスリトールエーテル、ポリグリセリン等が挙げられる。

#### 【0036】

単糖としては、例えば、三炭糖 (例えば、D-グリセリルアルデヒド、ジヒドロキシアセトン等) ; 四炭糖 (例えば、D-エリトロース、D-エリトルロース、D-トレオース、エリスリトール等) ; 五炭糖 (例えば、L-アラビノース、D-キシロース、L-リキソース、D-アラビノース、D-リボース、D-リブロース、D-キシルロース、L-キシルロース等) ; 六炭糖 (例えば、D-グルコース、D-タロース、D-ブシコース、D-ガラクトース、D-フルクトース、L-ガラクトース、L-マンノース、D-タガトース等) ; 七炭糖 (例えば、アルドヘプトース、ヘプロース等) ; 八炭糖 (例えば、オクツロース等) ; デオキシ糖 (例えば、2-デオキシ-D-リボース、6-デオキシ-L-ガラクトー



ス、6-デオキシ-L-マンノース等) ; アミノ糖 (例えば、D-グルコサミン、D-ガラクトサミン、シアル酸、アミノウロン酸、ムラミン酸等) ; ウロン酸 (例えば、D-グルクロン酸、D-マンヌロン酸、L-グルロン酸、D-ガラクトロン酸、L-イズロン酸等) 等が挙げられる。

**【0037】**

オリゴ糖としては、例えば、ショ糖、グンチアノース、ウンベリフェロース、ラクトース、プランテオース、イソリクノース類、 $\alpha$ 、 $\alpha$ -トレハロース、ラフィノース等が挙げられる。

**【0038】**

アミノ酸としては、例えば、中性アミノ酸 (例えば、スレオニン、システイン等) ; 塩基性アミノ酸 (例えば、ヒドロキシリジン等) 等が挙げられる。また、アミノ酸誘導体として、例えば、トリメチルグリシン、グルタチオン、ピロリドンカルボン酸等が挙げられる。

**【0039】**

有機アミンとしては、例えば、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、モルホリン、トリイソプロパノールアミン、2-アミノ-2-メチル-1, 3-プロパンジオール、2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール等が挙げられる。

**【0040】**

高分子エマルジョンとしては、例えば、アクリル樹脂エマルジョン、ポリアクリル酸エチルエマルジョン、アクリルレジン液、ポリアクリルアルキルエステルエマルジョン、ポリ酢酸ビニル樹脂エマルジョン、天然ゴムラテックス等が挙げられる。

**【0041】**

pH調製剤としては、例えば、乳酸-乳酸ナトリウム、クエン酸-クエン酸ナトリウム、コハク酸-コハク酸ナトリウム等の緩衝剤等が挙げられる。

**【0042】**

ビタミンとしては、例えば、ビタミンA、B1、B2、B6、C、Eおよびその誘導体、パントテン酸およびその誘導体、ビオチン等が挙げられる。

**【0043】**

酸化防止剤としては、例えば、トコフェロール類、ジブチルヒドロキシトルエン、ブチルヒドロキシアニソール、没食子酸エステル類等が挙げられる。

**【0044】**

酸化防止助剤としては、例えば、リン酸、クエン酸、アスコルビン酸、マレイン酸、マロン酸、コハク酸、フマル酸、ケファリン、ヘキサメタフォスフェイト、フィチン酸、エチレンジアミン四酢酸等が挙げられる。

**【0045】**

その他の配合可能成分としては、例えば、消炎剤（例えば、グリチルリチン酸誘導体、グリチルレチン酸誘導体、サリチル酸誘導体、ヒノキチオール、酸化亜鉛、アラントイン等）；美白剤（例えば、胎盤抽出物、ユキノシタ抽出物、アルブチン、トラネキサム酸、4-メトキシサリチル酸カリウム等）；各種抽出物（例えば、オウバク、オウレン、シコン、シャクヤク、センブリ、バーチ、セージ、ビワ、ニンジン、アロエ、ゼニアオイ、アイリス、ブドウ、ヨクイニン、ヘチマ、ユリ、サフラン、センキュウ、ショウキュウ、オトギリソウ、オノニス、ニンニク、トウガラシ、チンピ、トウキ、海藻等）；賦活剤（例えば、ローヤルゼリー、感光素、コレステロール誘導体等）；血行促進剤（例えば、ノニル酸ワレニルアミド、ニコチン酸ベンジルエステル、ニコチン酸 $\beta$ -ブトキシエチルエステル、カプサイシン、ジンゲロン、カンタリスチンキ、イクタモール、タンニン酸、 $\alpha$ -ボルネオール、ニコチン酸トコフェロール、イノシトールヘキサニコチネート、シクランデレート、シンナリジン、トラゾリン、アセチルコリン、ベラパミル、セファランチン、 $\gamma$ -オリザノール等）；抗脂漏剤（例えば、硫黄、チアントール等）；抗炎症剤（例えば、チオタウリン、ヒポタウリン等）；安定化剤（4, 5-ジモルホリノー3-ヒドロキシピリダジン）等が挙げられる。

**【0046】****【実施例】**

次に実施例をあげて本発明をさらに具体的に説明する。本発明はこれによって限定されるものではない。配合量は質量%である。

**【0047】**

## 〔使用試験および防腐力試験〕

表 1 に示す処方化粧水を以下の製法に従って調製し、使用試験および防腐力試験を実施した。

## 【0048】

## ＜化粧水の製法＞

精製水に 3-ヘキシシン-2, 5-ジオール、クエン酸、クエン酸三ナトリウム、エデト酸三ナトリウムを溶解する（水相）。エタノール、グリセリン、1, 3-ブチレングリコール、POE (60) 硬化ヒマシ油、メチルパラベンを溶解する（アルコール相）。水相、アルコール相を混合する。

## 【0049】

## ＜使用試験方法＞

過去にパラベンを配合した皮膚外用組成物の使用に際して刺激感を感じた敏感肌のパネル 10 名に対して 1 日あたり 2 回の頻度で 1 週間使用させて使用感の満足度と共に皮膚刺激の有無を申告させた。使用感の評価は以下の 4 段階の基準に分類し、また、刺激感を訴えた人数を確認した。

A：使用感が良いと認めたパネラーが 8 名以上

B：使用感が良いと認めたパネラーが 5 名以上～8 名未満

C：使用感が良いと認めたパネラーが 3 名以上～5 名未満

D：使用感が良いと認めたパネラーが 3 名未満

## 【0050】

## ＜防腐力判定試験方法＞

実施例および比較例の試料 30 ml に菌液を接種後、塗抹法により菌数の変化を調べた。接種菌はカビ（菌株名：Aspergillus niger ATCC16404；接種量  $10^4$  cfu (colony

forming unit) / g)、酵母（菌株名：Candida albicans ATCC10231；接種量  $10^5$  cfu / g)、バクテリア（大腸菌：菌株名：Escherichia coli

ATCC8739；接種量  $10^6$  cfu / g、黄色ブドウ球菌：菌株名：Staphylococcus aureus ATCC6538；接種量  $10^6$  cfu / g、緑膿菌：菌株名：Pseudomonas aeruginosa ATCC15442；接種量  $10^6$  cfu / g) を用いて 2 週間経過時までの菌数変化によ

り抗菌力を評価し、得られた効果を以下の4段階の基準で分類した。

A; 1週間以内に、カビ、酵母、バクテリアの全てが $100\text{cfu/g}$ 以下に減少

B; 2週間以内に、カビ、酵母、バクテリアの全てが $100\text{cfu/g}$ 以下に減少

C; 2週間後も、カビ、酵母、バクテリアのいずれかが $100\text{cfu/g}$ 以上残存

D; 2週間後も、カビ、酵母、バクテリアの全てが $100\text{cfu/g}$ 以上残存

尚、皮膚外用組成物の防腐力としてはAないしBのものを合格と判定する。使用試験および防腐力試験の結果を表1に記載する。

### 【0051】

【表1】

	実施例1	実施例2	実施例3	比較例1	比較例2	比較例3
3-ヘキシシン-2, 5-ジオール	5	3	1	-	-	-
エタノール	2	2	2	2	10	2
グリセリン	2	2	2	2	2	2
1, 3-ブチレングリコール	3	3	3	3	3	3
FOE (60) 硬化ヒマシ油	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
クエン酸	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03
クエン酸三ナトリウム	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07
エデト酸三ナトリウム	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
メチルパラベン	-	-	-	-	-	0.2
精製水	残余	残余	残余	残余	残余	残余
防腐力試験結果	A	A	A	D	B	A
使用試験結果	A(10/10)	A(9/10)	A(3/10)	B(7/10)	C(4/10)	B(6/10)
刺激感を訴えた人数	0/10	0/10	0/10	0/10	1/10	4/10

### 【0052】

実施例1、2及び3では皮膚刺激を訴えた者はなく、また使用性に満足した者の割合が多く防腐力も確保されている。これは本発明に係る効果である。また比較例1では、皮膚刺激が少なく使用性に満足した者の割合も多いが、防腐力が劣っている。比較例2では、防腐力は問題なかったが、使用性の満足度が低く、エタノールの配合が多いことに起因すると考えられる皮膚刺激を訴えた者が1名いた。比較例3は使用性、防腐力には優れているものの皮膚刺激を訴えた者が多く皮膚刺激に課題があった。

### 【0053】

次に表2に示す処方 of 乳液を以下の製法に従って調製し、使用試験および防腐力試験を前記と同様の方法で実施した。使用試験及び防腐力試験の結果を表2に

示す。

#### <乳液の製法>

精製水に 3-ヘキシン-2, 5-ジオール、1, 3-ブチレングリコール、ポリエチレングリコール 1500、エデト酸三ナトリウム、トリエタノールアミンを加え 70℃ に加熱調整する（水相）。ステアリン酸、セチルアルコール、ワセリン、スクワランを溶解し、これにソルビタンモノオレイン酸エステル、メチルパラベンを加え 70℃ に調整する（油相）。油相を水相に加え予備乳化を行い、ホモミキサーで均一に乳化した後、冷却する。

【0054】

【表 2】

	実施例 4	実施例 5	実施例 6	比較例 4	比較例 5
3-ヘキシン-2, 5-ジオール	1	0.5	0.3	-	-
1, 3-ブチレングリコール	3	3	3	3	3
ポリエチレングリコール 1500	2	2	2	2	2
ソルビタンモノオレイン酸エステル	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
ステアリン酸	2	2	2	2	2
セチルアルコール	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
ワセリン	3	3	3	3	3
スクワラン	8	8	8	8	8
トリエタノールアミン	1	1	1	1	1
エデト酸三ナトリウム	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
メチルパラベン	-	-	-	-	0.2
精製水	残余	残余	残余	残余	残余
防腐力試験結果	A	A	A	D	A
使用試験結果	A(9/10)	A(9/10)	A(8/10)	B(6/10)	B(5/10)
刺激感を訴えた人数	0/10	0/10	0/10	0/10	5/10

【0055】

施例 4、5 及び 6 では皮膚刺激を訴えた者はなく、また使用性に満足した者の割合が多く防腐力も確保されている。これは本発明に係る効果である。また比較例 4 では、皮膚刺激が少なく使用性に満足した者の割合も多いが、防腐力が劣っている。比較例 5 は使用性、防腐力には優れているものの皮膚刺激を訴えた者が多く皮膚刺激に課題があった。

【0056】

次に表 3 に示す処方 of クリームを以下の製法に従って調製し、使用試験および防

腐力試験を前記と同様の方法で実施した。使用試験及び防腐力試験の結果を表3に示す。

#### <クリーム の製法>

精製水に3-ヘキシシン-2, 5-ジオール、1, 3-ブチレングリコール、プロピレングリコールを加え70℃に加熱調整する(水相)。ステアリルアルコール、ステアリン酸、水添ラノリン、スクワラン、オクチルドデカノールを加熱溶解後、POE(25)セチルアルコールエーテル、モノステアリン酸グリセリン、メチルパラベンを加え70℃に調整する(油相)。油相を水相に加えてホモミキサーにて乳化して冷却する。

【0057】

【表3】

	実施例7	実施例8	実施例9	比較例6	比較例7
3-ヘキシシン-2, 5-ジオール	3	1	0.3	-	-
1, 3-ブチレングリコール	3	3	3	3	3
プロピレングリコール	4	4	4	4	4
モノステアリン酸グリセリン	2	2	2	2	2
POE(25)セチルアルコールエーテル	3	3	3	3	3
ステアリルアルコール	7	7	7	7	7
ステアリン酸	2	2	2	2	2
水添ラノリン	5	5	5	5	5
スクワラン	9	9	9	9	9
オクチルドデカノール	10	10	10	10	10
メチルパラベン	-	-	-	-	0.2
精製水	残余	残余	残余	残余	残余
防腐力試験結果	A	A	A	D	A
使用試験結果	A(10/10)	A(9/10)	A(8/10)	B(7/10)	B(6/10)
刺激感を訴えた人数	0/10	0/10	0/10	0/10	4/10

【0058】

実施例7、8及び9では皮膚刺激を訴えた者はなく、また使用性に満足した者の割合が多く防腐力も確保されている。これは本発明に係る効果である。また比較例6では、皮膚刺激が少なく使用性に満足した者の割合も多いが、防腐力が劣っている。比較例7は使用性、防腐力には優れているものの皮膚刺激を訴えた者が多く皮膚刺激に課題があった。

## 【0059】

以下、本発明の種々の皮膚外用組成物を例示するが、いずれの実施例も優れた防腐力を維持しつつ、皮膚刺激性がなく使用性が良好であった。

## 【0060】

## 実施例 10 化粧水

(アルコール相)

エタノール	5.0
オレイルアルコール	0.2
POE (20) ソルビタンモノラウリン酸エステル	0.5
POE (15) ラウリルエーテル	0.5
4, 5-ジモルホリノー 3-ヒドロキシピリダジン	0.1
フェノキシエタノール	0.3
香料	適量

(水相)

1, 3-ブチレングリコール	6.0
1, 2-ペンタンジオール	2.0
3-ヘキシノー 2, 5-ジオール	0.5
グリセリン	5.0
精製水	残余

(製法)

水相、アルコール相をそれぞれ調製後、混合した。

## 【0061】

## 実施例 11 化粧水

(アルコール相)

エタノール	5.0
POE (20) オレイルエーテル	0.5
3-ヘキシノー 2, 5-ジオール	0.1
香料	適量

(水相)

ジプロピレングリコール	6.0
ソルビット	4.0
PEG1500	5.0
メチルセルロース	0.2
クインスीड	0.1
精製水	残余

(製法)

精製水の一部にメチルセルロース及びクインスीडを混合、攪拌し、粘稠液を調製した。精製水の残部と他の水相成分を混合溶解し、これに前記の粘稠液を加えて、均一な水相を得た。アルコール相を調製後、水相に添加し、混合した。

【0062】

実施例 12 クリーム

ステアリン酸	5.0
ステアリルアルコール	4.0
イソプロピルミリステート	18.0
グリセリンモノステアリン酸エステル	3.0
プロピレングリコール	10.0
1, 2-ヘキサンジオール	3.0
3-ヘキシン-2, 5-ジオール	3.0
水酸化カリウム	0.2
フェノキシエタノール	0.3
亜硫酸水素ナトリウム	0.01
香料	適量
精製水	残余

(製法)

精製水にプロピレングリコール及び水酸化カリウムを加えて溶解し、加熱して70℃に保った(水相)。他の成分を混合し、加熱融解して70℃に保った(油相)。水相に油相を徐々に加えて予備乳化し、ホモミキサーで均一に乳化後、よくかきまぜながら30℃まで冷却した。



## 【0063】

## 実施例13 クリーム

ステアリン酸	6.0
ソルビタンモノステアリン酸エステル	2.0
POE(20) ソルビタンモノステアリン酸エステル	1.5
プロピレングリコール	10.0
3-ヘキシシン-2, 5-ジオール	10.0
グリセリントリオクタノエート	10.0
スクワレン	5.0
亜硫酸水素ナトリウム	0.01
香料	適量
精製水	残余

## (製法)

精製水にプロピレングリコールを加えて溶解し、加熱して70℃に保った(水相)。他の成分を混合し、加熱融解して70℃に保った(油相)。水相に油相を徐々に加え、予備乳化を行い、ホモミキサーで均一に乳化した後、よくかきまぜながら30℃まで冷却した。

## 【0064】

## 実施例14 乳液

ステアリン酸	2.5
セチルアルコール	1.5
ワセリン	5.0
流動パラフィン	10.0
POE(10) モノオレイン酸エステル	2.0
PEG1500	3.0
トリエタノールアミン	1.0
3-ヘキシシン-2, 5-ジオール	5.0
亜硫酸水素ナトリウム	0.01
カルボキシビニルポリマー	0.05

香料

適量

精製水

残余

(製法)

少量の精製水にカルボキシビニルポリマーを溶解した(A相)。精製水の残部にPEG1500及びトリエタノールアミンを加え、加熱溶解して70℃に保った(水相)。他の成分を混合し、加熱融解して70℃に保った(油相)。水相に油相を加えて予備乳化を行い、A相を加えてホモミキサーで均一に乳化した後、よくかきまぜながら30℃まで冷却した。

【0065】

実施例15 ジェル

95%エタノール	5.0
ジプロピレングリコール	15.0
1,2-オクタンジオール	3.0
POE(50)オレイルエーテル	2.0
カルボキシビニルポリマー	1.0
水酸化ナトリウム	0.15
3-ヘキシノール-2,5-ジオール	0.1
香料	適量
精製水	残余

(製法)

精製水にカルボキシビニルポリマーを均一に溶解した(A相)。95%エタノールにPOE(50)オレイルエーテルを溶解し、A相に添加した。水酸化ナトリウム以外の成分を添加後、水酸化ナトリウムを添加して中和増粘させた。

【0066】

実施例16 美容液

95%エタノール	5.0
POE(20)オクチルドデカノール	1.0
パントテニルエチルエーテル	0.1
水酸化カリウム	0.1

グリセリン	5.0
ジプロピレングリコール	10.0
亜硫酸水素ナトリウム	0.03
カルボキシビニルポリマー	0.2
3-ヘキシシン-2, 5-ジオール	0.3
フェノキシエタノール	0.3
精製水	残余

## (製法)

精製水の一部にカルボキシビニルポリマーを溶解する (A相)。同様に精製水の一部に水酸化カリウムを溶解する (B相)。残りの精製水に水溶性成分を溶解させる (C相)。エタノールにPOE(20)オクチルドデカノール、パントテニルエチルエーテルを溶解させ、先のC相を添加し混合攪拌し、これにA相を攪拌混合後、次いでB相を加えてホモミキサーで攪拌混合した。

## 【0067】

## 実施例 17 パック

## (A相)

ジプロピレングリコール	5.0
POE(60)硬化ヒマシ油	5.0

## (B相)

オリーブ油	5.0
酢酸トコフェロール	0.2
香料	0.2

## (C相)

亜硫酸水素ナトリウム	0.03
ポリビニルアルコール	
(ケン化度90, 重合度2000)	13.0
エタノール	5.0
3-ヘキシシン-2, 5-ジオール	0.5
精製水	残余

## (製法)

A相、B相、C相をそれぞれ均一に溶解し、A相にB相を加えて可溶化した。  
次いでこれをC相に加えて混合した。

## 【0068】

## 実施例18 固形パウダリーファンデーション

(1) タルク	15.0
(2) セリサイト	10.0
(3) 球状ナイロン粉末	10.0
(4) 多孔性無水ケイ酸粉末	15.0
(5) 窒化ホウ素	5.0
(6) 二酸化チタン	5.0
(7) 酸化鉄	3.0
(8) ステアリン酸亜鉛	5.0
(9) 流動パラフィン	残余
(10) トリイソオクタン酸グリセリン	15.0
(11) セスキオレイン酸ソルビタン	1.5
(12) 3-ヘキシノール-2, 5-ジオール	1.0
(13) 香料	適量

## (製法)

(1) ~ (8) の各成分を混合粉碎したところへ、(9) ~ (13) の各成分を混合したものを加えて攪拌混合し、容器に成型して固形ファンデーションを得た。

## 【0069】

## 実施例19 油中水型乳化ファンデーション

(1) 球状ナイロン	10.0
(2) 多孔性無水ケイ酸粉末	8.0
(3) 雲母チタン	2.0
(4) シリコーン処理セリサイト	2.0
(5) シリコーン処理マイカ	12.0

(6) シリコーン処理二酸化チタン	5.0
(7) シリコーン処理酸化鉄	2.0
(8) 精製水	残余
(9) 3-ヘキシノール-2, 5-ジオール	3.0
(10) デカメチルシクロペンタシロキサン	18.0
(11) ジメチルポリシロキサン	5.0
(12) スクワラン	1.0
(13) ポリオキシエチレン変性ジメチルポリシロキサン	2.0
(14) 香料	適量

(製法)

(9) ~ (14) の各成分を均一に混合溶解したものに、混合粉碎した (1) ~ (7) を加えて分散させた。この分散液に、(8) を加えて乳化し、容器に充填して油中水型乳化ファンデーションを得た。

#### 【0070】

#### 実施例 20 白粉

(1) タルク	残余
(2) セリサイト	10.0
(3) 球状ナイロン粉末	10.0
(4) 窒化ホウ素	5.0
(5) 酸化鉄	3.0
(6) 炭酸マグネシウム	5.0
(7) スクワラン	3.0
(8) トリイソオクタン酸グリセリン	2.0
(9) セスキオレイン酸ソルビタン	2.0
(10) 3-ヘキシノール-2, 5-ジオール	3.0
(11) 香料	適量

(製法)

(1) ~ (6) の各成分を混合粉碎したところへ、(7) ~ (11) の各成分を混合したものを加えて攪拌混合し、白粉を得た。

## 【0071】

## 実施例 21 アイシャドー

(1) タルク	残余
(2) マイカ	15.0
(3) 球状ナイロン粉末	10.0
(4) 窒化ホウ素	5.0
(5) 酸化鉄	3.0
(6) 酸化チタン被覆マイカ	5.0
(7) スクワラン	3.0
(8) トリイソオクタン酸グリセリン	2.0
(9) セスキオレイン酸ソルビタン	2.0
(10) 3-ヘキシノー2, 5-ジオール	0.5
(11) 香料	適量

## (製法)

(1) ~ (6) の各成分を混合粉碎したところへ、(7) ~ (11) の各成分を混合したものを加えて攪拌混合し、アイシャドーを得た。

## 【0072】

## 実施例 22 口紅

(1) カルナバロウ	0.5
(2) キャンデリラロウ	5.0
(3) セレシン	10.0
(4) スクワラン	残余
(5) トリイソステアリン酸グリセリン	10.0
(6) ジイソステアリン酸グリセリン	20.0
(7) 3-ヘキシノー2, 5-ジオール	0.2
(8) マカデミアナッツ油脂肪酸コレステリル	4.0
(9) 合成ケイ酸ナトリウム-マグネシウム	0.5
(10) 疎水性シリカ	0.5
(11) 精製水	2.0

(12) 色剤

適量

(13) 香料

適量

(製法)

60℃に加熱した(8)に(9)、(10)を分散させ、これに(11)を加えて十分攪拌した。別に70℃加熱溶解しておいた(1)～(7)にこれを加えて十分攪拌し、さらに(12)、(13)を加えて分散攪拌し、その後、容器に流し込み、冷却、成型して口紅を得た。

## 【0073】

## 実施例 23 ヘアフォーム

(原液処方)

(1) アクリル樹脂アルカノールアミン液 (50%)	8.0
(2) ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油	1.0
(3) 流動パラフィン	5.0
(4) グリセリン	3.0
(5) 香料	適量
(6) 3-ヘキシノール 2, 5-ジオール	0.01
(7) エタノール	5.0
(8) 精製水	残余

(充填処方)

(1) 原液	90.0
(2) 液化石油ガス	10.0

(製法)

流動パラフィンをグリセリンとポリオキシエチレン硬化ヒマシ油の溶解物に添加し、ホモミキサーで均一に乳化する。これを他の成分の溶液に添加する。充填は缶に原液を充填し、バルブ装着後、ガスを充填する。

## 【0074】

## 実施例 24 シャンプー

ラウリルポリオキシエチレン (3) 硫酸エステル

ナトリウム塩 (30%水溶液) 30.0

ラウリル硫酸エステルナトリウム塩（30%水溶液）	10.0
ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド	4.0
グリセリン	1.0
3-ヘキシシン-2, 5-ジオール	3.0
安息香酸ナトリウム	0.5
色素	適量
香料	適量
金属イオン封鎖剤	適量
精製水	残余

（製法）

精製水を70℃に加熱し、他成分を加え均一に溶解した後、冷却する。

【0075】

実施例25 リンス

シリコーン油	3.0
流動パラフィン	1.0
セチルアルコール	1.5
ステアリルアルコール	1.0
塩化ステアリルトリメチルアンモニウム	0.7
3-ヘキシシン-2, 5-ジオール	5.0
グリセリン	3.0
色素	適量
香料	適量
精製水	残余

（製法）

精製水に塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、グリセリン、色素を加え70℃に保ち（水相）、他の成分を混合し、加熱溶解し70℃に保つ（油相）。水相に油相を加えホモキサーで乳化後攪拌しながら冷却する。

【0076】

実施例26 クリーム



流動パラフィン	10.0
ジメチルポリシロキサン	2.0
グリセリン	10.0
1,3-ブチレングリコール	2.0
エリスリトール	1.0
ポリエチレングリコール 1500	5.0
スクワラン	15.0
テトラ 2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリット	5.0
水酸化カリウム	0.1
ヘキサメタリン酸ナトリウム	0.05
酢酸トコフェロール	0.05
3-ヘキシン-2,5-ジオール	3.0
ヒドロキシプロピルメチルセルロース	0.3
ポリビニルアルコール	0.1
カルボキシビニルポリマー	0.2
アクリル酸・メタクリル酸アルキル共重合体 (ペミュレン TR-2)	0.1
精製水	残余
(製法)	

少量の精製水にカルボキシビニルポリマーとアクリル酸・メタクリル酸アルキル共重合体を溶解した溶液 (A相) をつくる。残りの精製水に水溶性成分を溶解し、加熱して 70℃ に保った (水相)。液状油に油性成分を混合し、加熱融解して 70℃ に保った (油相)。水相に油相を徐々に加え、予備乳化を行い、A相を加え、ホモミキサーで均一に乳化した後、よくかきまぜながら 30℃ まで冷却した。

# 【0077】

## 実施例 27 クリーム

ワセリン	2.0
ジメチルポリシロキサン (6mPa.s)	2.0

エタノール	5.0
ベヘニルアルコール	0.5
バチルアルコール	0.2
グリセリン	7.0
1,3-ブチレングリコール	5.0
ポリエチレングリコール 20000	0.5
ホホバ油	3.0
スクワラン	2.0
ヒドロキシステアリン酸フィトステリル	0.5
テトラ-2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリット	1.0
ポリオキシエチレン (60) 硬化ヒマシ油	1.0
水酸化カリウム	0.1
ピロ亜硫酸ナトリウム	0.01
ヘキサメタリン酸ナトリウム	0.05
グリチルレチン酸ステアリル	0.1
パントテニルエチルエーテル	0.1
アルブチン	7.0
トラネキサム酸	1.0
酢酸トコフェロール	0.1
ヒアルロン酸ナトリウム	0.05
3-ヘキシノール-2,5-ジオール	3.0
エデト酸三ナトリウム	0.05
4-tert-ブチル-4'-メトキシジベンゾイルメタン	0.1
ジパラメトキシ桂皮酸モノ-2-エチルヘキサン	
酸グリセリル	0.1
黄酸化鉄	適量
キサントガム	0.1
カルボキシビニルポリマー	0.2
精製水	残余

## (製法)

少量の精製水にカルボキシビニルポリマーとキサンタンガムを溶解した溶液 (A相) をつくる。残りの精製水に水溶性成分を溶解し、加熱して70℃に保った (水相)。液状油に油性成分を混合し、加熱融解して70℃に保った (油相)。水相に油相を徐々に加え、予備乳化を行い、A相を加え、ホモミキサーで均一に乳化した後、よくかきまぜながら30℃まで冷却した。

## 【0078】

## 実施例 28 クリーム

デカメチルシクロペンタシロキサン	30.0
ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体 (分子量6000)	1.5
トリメチルシロキシケイ酸	0.5
グリセリン	2.0
ジプロピレングリコール	5.0
3-ヘキシノール-2, 5-ジオール	2.0
タルク	5.0
球状無水ケイ酸	0.5
パルミチン酸デキストリン被覆微粒子酸化チタン (30nm)	7.0
球状ポリエチレン粉末	2.0
ポリ (オキシエチレン・オキシプロピレン) ・メチルポリシロサン共重合体 (分子量55000)	1.0
フェノキシエタノール	0.2
エデト酸3ナトリウム	0.02
ジメチルジステアリルアンモニウムヘクトライト	0.5
精製水	残余

## (製法)

油分を加熱溶解後、ポリオキシエチレン・メチルポリシロキサン共重合体、ポリ (オキシエチレン・オキシプロピレン) ・メチルポリシロサン共重合体、ジメチルジステアリルアンモニウムヘクトライトおよびその他油性成分を加え、70℃

に調整し、均一に分散溶解して油性ゲルを得る。精製水にグリセリン、ジプロピレングリコール、3-ヘキシ-2,5-ジオールを加え、70℃に調整する。これを先の油性ゲルに攪拌しながら徐添し、ホモミキサーで均一に混合した後、30℃まで冷却した。

**【0079】**

## 実施例 29 乳液

流動パラフィン	7.0
ワセリン	3.0
デカメチルシクロペンタシロキサン	2.0
ベヘニルアルコール	1.0
グリセリン	5.0
ジプロピレングリコール	7.0
ポリエチレングリコール 1500	2.0
3-ヘキシ-2,5-ジオール	2.0
ホホバ油	1.0
イソステアリン酸	0.5
ステアリン酸	0.5
ベヘニン酸	0.5
テトラ 2-エチルヘキサン酸ペンタエリスリット	3.0
2-エチルヘキサン酸セチル	3.0
モノステアリン酸グリセリン	1.0
モノステアリン酸ポリオキシエチレングリセリン	1.0
水酸化カリウム	0.1
ヘキサメタリン酸ナトリウム	0.05
グリチルレチン酸ステアリル	0.05
L-アルギニン	0.1
ローヤルゼリーエキス	0.1
酢酸トコフェロール	0.1
アセチル化ヒアルロン酸ナトリウム	0.1

エデト酸三ナトリウム	0.05
4-tert-ブチル-4'-メトキシジベンゾイルメタン	0.1
パラメトキシ桂皮酸 2-エチルヘキシル	0.1
カルボキシビニルポリマー	0.15
精製水	残余

(製法)

少量の精製水にカルボキシビニルポリマーを溶解した溶液 (A相) をつくる。残りの精製水に水溶性成分を溶解し、加熱して 70℃ に保った (水相)。液状油に油性成分を混合し、加熱融解して 70℃ に保った (油相)。水相に油相を徐々に加え、予備乳化を行い、A相を加え、ホモミキサーで均一に乳化した後、よくかきまぜながら 30℃ まで冷却した。

【発明の効果】

本発明の皮膚外用組成物においては、3-ヘキシン-2, 5-ジオールを配合することにより防腐性を確保しつつ、使用性、安全性を著しく向上させることができる。

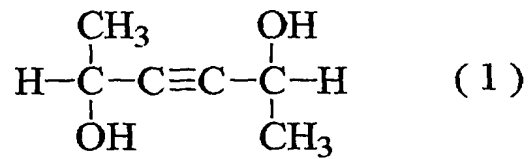
【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 本発明は、十分な防腐性を確保しながらも、使用性、安全性を著しく向上させた皮膚外用組成物を提供することを目的とする。

【解決手段】 下記一般式（1）で表わされる 3-ヘキシン-2, 5-ジオールを含有する皮膚外用組成物。

【化1】



【選択図】 なし

特願 2003-102456

ページ: 1/E

出願人履歴情報

識別番号

[000001959]

1. 変更年月日

1990年 8月27日

[変更理由]

新規登録

住所

東京都中央区銀座7丁目5番5号

氏名

株式会社資生堂

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**